PAT-NO:

JP402137694A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 02137694 A

TITLE:

PRODUCTION OF TUNGSTEN ALLOYED ROD

PUBN-DATE:

May 25, 1990

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

LITTY, RICHARD JR

N/A

INT-CL (IPC): B23K035/40, B23K009/24, C22C001/04, C22C027/04

ABSTRACT:

PURPOSE: To produce a tungsten-alloyed rod through low temp. sintering by holding lanthanum oxide at a specified temp. for a specified time, adjusting average particle size to a specified dimension, adding this to a pulverulent tungsten in a specified quantity, compacting this with a multiphase pressure build up and heating/sintering this.

CONSTITUTION: Lanthanum oxide is held at 25-30&deq;C for at least 20 hr to adjust the average particle size as 0.5-2.0 μm and it is added to pulverulenta tungsten in 1.8-2.2 wt.% ratio. The mixture is compacted and is maintained at about 900-1100 bar for about 1 min, then, at about 1700-1900 bar for about 1 min and finally, at about 2200 bar for about 1-2 min. Heating/sintering are maintained at about 900-1100°C for about 2-4 min, then, at about 1700-1900°C for about 2-4 min and finally, at about 2700°C for about 14-16 min. The tungsten alloyed rod good in arc stability and capable of low voltage ignition is produced and is used for an electrode rod of TIG welding or the like.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO

19日本国特許庁(JP)

8825-4K

⑩ 特許 出願 公開

平2-137694 ⑫ 公 開 特 許 公 報 (A)

@Int. Cl. 5 35/40 B 23 K

識別配号 庁内整理番号 ❷公開 平成2年(1990)5月25日

C 22 C 1/04 27/04

G 7362-4E 7356-4E D 7619-4K

審査請求 未請求 請求項の数 8 (全8頁)

60発明の名称

タングステン合金ロッドの製造方法

顧 平1-250411 20特

願 平1(1989)9月26日 20出

優先権主張

図1988年10月17日@西ドイツ(DE)図P 38 35 328.8

@発

リヒヤルト リテイー

101

ドイツ連邦共和国、8221 ゾンダーモーニンク、シュロー

スペルクシュトラーセ 8

の出 願 人 ゲゼルシヤフト フユ ドイツ連邦共和国、8220 トラウンシュタイン、ペアマネ

ア ヴオルフラムー

デア シュトラーセ 34

インダストリー エム

弁理士 樋口 外1名 四分代 理 人 豊治

ユニアー

明細書

1. 発明の名称

タングステン合金ロッドの製造方法

- 2. 特許購求の顧用
- (1)酸化ランタンが添加された粒状タングステ ンを圧縮、焼結、機械加工、及び再結晶の各 処理を行うことよりなるタングステン合金ロ · ッド、特にTIG箱接、タングステンプラズ マ溶接、タングステンプラズマ溶筋等に使用 されるタングステン電極用ロッドの製造方法 において、

(A)酸化ランタンを25~30でに少なくとも 20時間保持することにより、その平均粒径 が0.5~2.0μmとなるように調製し、 (1)このように調製された酸化ランタンを全盤 量に対して1.8~2.2重量%の割合で前 記粒状タングステンに添加し、

(の得られた混合物を複数段階で加圧して圧縮 させるとともに、複数段階で加熱して焼結さ せる、

ことを特徴とするタングステン合金ロッドの 製造方法。

- (2) 上紀工程(4)が体積膨脹工程であり、酸化ラ ンタンを25~30℃に数日間保持すること により行うことを特徴とする請求項1に記載 のタングステン合金ロッドの製造方法。
- (3) 前記複数段階の加圧圧縮工程が、2回の圧 力維持段階を含むことを特徴とする請求項1 又は2に記載のタングステン合金ロッドの製 趋方法。
- (4) 前記複数段階の加圧圧縮工程において、先 ず1.5~2.5分間かけて900~110 0 パールの一次圧力維持段階まで増圧して、 この圧力に約1分開雑持した後、さらに1. 5~2. 5分間かけて1700~1900パ ールの二次圧力維持段階まで増圧して、この 圧力に約1分間維持し、次いで1.5~2. 5分間かけて約2200パールの最高圧縮圧 力まで増圧することを特徴とする請求項3に 配載のタングステン合金ロッドの製造方法。

- (5) 前配複数段階の加圧圧縮工程において、最 高圧縮圧力を1~2分間競特することを特徴 とする請求項1ないしくのいずれかに配敬の タングステン合金ロッドの製造方法。
- (6) 前記複数段階の加熱焼結工程が2回の温度 維持段階を含むことを特徴とする請求項1な いし5のいずれかに記載のタングステン合金 ロッドの製造方法。
- (7) 前記複数段階の加熱焼結工程において、先 ず4~6分間かけて900~1100での一 次温度維持段階まで昇温して、この温度に約 2~4分間維持した後、さらに1~3分間かけて1700~1900での2次温度維持段 踏まで昇温して、この温度に2~4分間維持 し、次いで3~5分間かけて約2700での 最高焼結温度まで昇温することを特徴とする 請求項6に記載のタングステン合金ロッドの 製造方法。
- (8) 前配複数段階の加熱焼結工程において、最高焼結温度を14~16分間維持することを

3

く使用される理由は、点火特性に優れ、アークの安定性が高く、許容負荷電流も高く、且つ寿命が長いことにある。しかしながら、酸化トリウムを添加したタングステン合金は、一般的に加工が困難であるとともに、焼結のために要するエネルギー消費が大きいという問題がある。タングステン合金中における酸化トリウムは、タングステン結晶粒間の界面に付着し、タングステンの再結晶を阻害するものである。しかし、細いタングステンロッドを製造する場合のように加工の程度を高くするには、高度な再結晶が必要となる。

更に、酸化トリウムは放射能を有するという点でも望ましいものではない。特に、原子炉の建設 現場等では、酸化トリウムの有する放射能が、追 加の放射能発生源となって、不利益が大となる。

タングステン合金ロッド、特にタングステン電 低に含ませる添加物として、酸化トリウムに代わ り得るもので、而も環境への悪影響もなく、同時 に製造上も有利なものを開発する努力もなされて いるが、現在までのところ評価に値するほどの成 特徴とする請求項1ないし7のいずれかに記 戦のタングステン合金ロッドの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、酸化ランタンが添加された粒状タン グステンを圧縮、焼結、機械加工、及び再結晶の 各処理を行うことよりなるタングステン合金ロッ ド、特にTIG溶接、タングステンプラズマ溶接、 タングステンプラズマ溶断等に使用されるタング ステン電極用ロッドの製造方法に関する。

(従来の技術及び発明が解決しようとする問題点)
ランタン、トリウム、イットリウム、ジルコニ
ウム、及びセリウムの酸化物を添加したタングス
テンロッドは、何年も前から市場にて入手可能と
なっている(DIN 32 528参照)。タングステン電 権に添加物としてこれらの酸化物を含ませるのは、 放電特性を改善するためである。このうち最も頻 葉に用いられている添加物は、酸化トリウムであ り、使用に際しては含量が4 重量%以下とされる。 かかる酸化トリウム添加型タングステン電極がよ

4

功を納めていない。タングステン電極において触 化ランタンを抵加すれば、アーク安定性を改善し、 低電圧点火が可能となり、寿命が長くなることは 分かっているが、その抵加率は現在までのところ 約1%の低率しか連成できていない。

酸化ランタンの添加重量比率を大きくできない理由の一つは、酸化ランタンの比重が酸化トリウムのそれよりも小さいことにある。すなわち、酸化トリウムでは1単位の体積で添加すれば済むところを、酸化ランタンではその1.8倍の体積で添加する必要がある。また、酸化ランタンも再結晶を阻害する作用があるため、たとえ再結晶により機械加工を行い易くしようとしても、実際には相当な加工コストを伴うことになる。

更に、酸化ランタンの添加重量比率を大きくできないもう一つの理由は、酸化ランタンの添加比率を大きくすると粒状タングステン圧縮体の安定性が低下することに求められる。例えば、酸化ランタンを約1%含有する圧縮体は約10分程度で 崩壊してしまうことが分かっている。また、酸化 ランタンの含量を2%とすると、圧縮体の崩壊は 約2~3分程度で起こってしまう。すなわち、酸 化ランタンを添加すると圧縮体内部の歪みが増加 してその崩壊を誘発するものであり、この作用は 酸化ランタンの添加量が多くなる程顯著となって くるのである。このような理由から、タングステ ンロッド、特にタングステン電極により多くの酸 化ランタンを含ませる努力が従来からなされてい るにもかかわらず、不成功に終わっているのであ る。

酸化ランタンが添加された粒状タングステンを 圧縮、焼結、機械加工、及び再結晶の各処理を行 うことよりなるタングステン合金ロッド、特にT I G溶接、タングステンプラズマ溶接、タングス テンプラズマ溶断等に使用されるタングステン電 毎用ロッドの製造方法自体は、例えば西独公開特 許第3.701.212号公報から公知であるが、 上述した問題点はこの公知の方法にも当然に当て はまる。また、この公知の方法では、酸化ランタン ンを添加させる手段として、硝酸ランタン水溶液

7

ラズマ溶断等に使用されるタングステン電極用ロッドの製造方法において、

(a)酸化ランタンを 2 5 ~ 3 0 ℃に少なくとも 2 0 時間保持することにより、その平均粒径が 0. 5 ~ 2. 0 μ m となるように複製し、

(i)このように調製された酸化ランタンを全重量に 対して1.8~2.2重量%の割合で前配粒状タ ングステンに添加し、

(1)得られた混合物を複数段階で加圧して圧縮させるとともに、複数段階で加熱して焼結させる、 ことを特徴とするタングステン合金ロッドの製造 方法を提供する。

本発明の好適な構成は、特許請求の範囲における健議請求項及び以下の記載から明らかとなる。 (効果及び好適な構成)

上記構成から得られる作用については、後の実施例の説明と併せて説明することとし、ここでは 以上の構成から得られる効果、並びに本発明の好 通な構成について述べることにする。

本発明の方法によれば、従来方法では達成でき

を使用するため、その調製に時間とエネルギーが 消費されなければないという問題もある。更に、 この公知の方法では、ランタンの分布が合金ロッ ド全体に均一となるため、ランタンが有する再結 品置客作用がロッドの外周部でも発揮されてしま い、従ってロッドの加工が更に困難となる。実際 上、この公知の方法は、特に経済性の理由により 殆ど評価できる程の技術的意義は認められない。

本発明は、酸化ランタンを添加したタングステン合金ロッドを製造する上記公知方法を改善するものであり、約2重量%の酸化ランタンをタングステン合金ロッド、特にタングステン電優に含ませるにあたりエネルギー消費をできるだけ低減させることをその課題とする。

(問題点を解決するための手段)

上記問題点を解決するために、本発明は、酸化 ランタンが添加された粒状タングステンを圧縮、 挽結、機械加工、及び再結晶の各処理を行うこと よりなるタングステン合金ロッド、特にTIG溶 接、タングステンプラズマ溶接、タングステンプ

8

なかった高い酸化ランタン含有率を何等の問題も 伴うことなく達成することが初めて可能になった。 また、本発明の方法により製造される溶接電極 (タングステン合金ロッド) は、酸化トリウムを必加したタングステン電極よりも低い電圧で点火可能であるという点で、点火特性に優れており、アーク安定性も改善され、寿命も長くなるという効果がある。更に、ランタンでは放射能は問題とならない。

タングステン一酸化ランタン合金はタングステン一酸化トリウム合金よりも焼結温度が低くて済む。 従って、タングステン一酸化ランタン合金を焼結させるためのエネルギー消費を低減することができる。

更に、本発明の方法では、従来方法のように挽 結までに必要な装置を個別且つ段階的に作動させ る必要はなく、各ロッドを作成するまでに必要な 混合、圧縮及び挽結を一連の操作として行うこと ができる。

本発明の方法においては、複数段階の加圧(但

し、一連に行われる)による圧縮を、複数段階の 加熱(但し、一連に行われる)による機結とは別 に行ってもよいし、機結(予備機結を含む)と同 時に行ってもよい。また、本発明の方法で得られ る圧縮体は寸法安定性が高いので、高含有率の酸 化ランタンを含むタングステン合金ロッド、特に タングステン電極の製造に際しての融温性が極め て高くなる。

予備段階として、酸化ランタンは体積増加処理により緩和される。この体積増加処理は、酸化ランタンを25~30℃にて少なくとも20時間保持することにより行われ、体積膨脹の結果、酸化ランタンは崩壊して平均粒径0.5~2μmまで 微細化される。この微細化された酸化ランタンが、混合工程において粒状タングステンに添加される。本発明の好適な実施例では、体積増加(緩和)処理は酸化ランタンを約25~30℃で薄層状に保持することにより行われる。

本発明において、複数段階の加圧圧縮工程は、 2回の圧力維持段階を含むことが好ましい。より

1 1

以下、本発明の実施例を抵付図面を参照しなから従来例との比較において説明する。

先ず、第3図~第6図に基づき、2%の酸化ト リウムが添加されたタングステン合金ロッド、特 にタングステン智塔を慰洛するための従来方法に ついて簡単に登明する。この従来方法においては、 平均粒径1μmの酸化トリウムがタングステン金 **馬粉に添加され、これに続く機械的混合操作によ** って酸化トリウムが均一に分散される。その後、 混合物を圧縮工程にかけるのであるが、この圧縮 工程は油圧式による特定方向圧縮により(その多、 予備統結が行われる)、又は等方向圧縮 (isostatically)に行われる。尚、等方向圧縮では、加圧 後の滅圧方向性は必ずしも問題ではない。第3関 はこのようにして得られた圧縮体の拡大断面図で あり、同図から比較的粗大で均一な大きさのタン グステン結晶粒間の界面に酸化トリウムが均一に 分布している様子が分かる。

第4図は挽結後の状態を示す。この状態では、 タングステン結晶粒は以前よりも小さくなってい 具体的には、先ず約1.5~2.5分間かけて900~1100パールの一次圧力維持段階まで増圧して、この圧力に約1分間維持した後、さらに約1.5~2.5分間かけて1700~1900パールの二次圧力維持段階まで増圧して、この圧力に約1分間維持し、次いで約1.5~2.5分間かけて約2200パールの最高圧縮圧力まで増圧するのである。この最高圧縮圧力は約1~2分間維持するのが有利である。

一方、複数段階の加熱統結工程も2回の温度維持段階を含むのが有利である。より具体的には、 先ず約4~6分間かけて900~1100での一 次温度維持段階まで昇温して、この温度に約2~ 4分間維持した後、さらに約1~3分間かけて1 700~1900での2次温度維持段階まで昇温 して、この温度に約2~4分間維持し、次いで約 3~5分間かけて約2700での最高統結温度まで昇温するのである。この最高統結温度は14~ 16分間維持することが望ましい。

(実施例)

1 2

るが、かかる結晶粒間の界面におけるThO₂の分布 状態が均一である点は同じである。

焼結工程に続き、焼結後のロッドに予備的機械加工、すなわちプレハンマリング (prehammering)を施す。プレハンマリング後のロッドの断面は第5回に示しており、同図からは、加工性に限りのあるタングステン結晶構造にThO。粒子が均一に分散されていることが分かる。引き続いて行われる再結晶の結果得られたロッドの断面は、第6回に示されており、同図からは、相大化により加工がより容易になったタングステン結晶構造にThO。粒子が均一に分散して存在していることが分かる。

一方、本発明に係るタングステン合金ロッド、特にタングステン電極の製造方法では、混合工程に先立って、酸化ランタンを倒製するための予備工程が行われる。すなわち、この予備工程では、先ず平均粒径2~2.5μmの酸化ランタンが微欄メッシュの水平振動シープ(horizoatal oscillating sieve)を用いて純化され、この結果、不純物や粗大な酸化ランタン粒子が除去され、酸化ラ

ンタンの純度99.99%が達成される。次いで、このように高度に純化された酸化ランタン(Laz0z) 又はより高い酸化状態)が、平滑なコーティングの能された容器内に初期厚さ約2㎝の薄層状となるように入れられ、室温よりも若干高い温度、すなわち約25~30℃にて少なくとも20時間保持(ねかせ)される。この操作の結果、酸化ランタンは所謂「ワーキングアウト(working out)」と呼ばれている工程を受けることになる。すなわち、一種の緩和工程であるこのワーキングアウト工程では、酸化ランタン粒子の比容積が初期の値の約3~4倍程度に増加して、更に平均粒径0.5μm程度の微細粒子へと崩壊するのである。

次の混合工程では、上記純化及び緩和された酸化ランタン1.8~2.2 重量%(全重量に対して)が粒状のタングステンに添加され、混合操作により極めて均一に分散される。

本発明によれば、次の圧縮工程では、得られる 圧縮体の崩壊を回避するために、複数段階にて加 圧が行われる。第1図の破線はタングステン一酸

1 5

に、酸化ランタンを添加したタングステン合金ロ ッドの場合の最高圧縮圧力は酸化トリウムを添加 したタングステン合金ロッドの場合のそれよりも 約100パール程度低くできる。従って、圧縮工 程についてみた場合、本発明の方法は従来方法よ りもエネルギー消費が少なくて済むことになる。 ・ 第2回において、破線は酸化トリウムの添加さ れたタングステン合金ロッドの挽精温度曲線を示 しており、実線は酸化ランタンの添加されたタン グステン合金ロッドの挽結温度曲線を示している。 同図から分かるように、酸化トリウムの添加され たタングステン合金ロッドの場合には、約280 0 ℃の最高焼結温度までの昇温が直接的に行われ るのに対して、本発明に係る酸化ランタンの添加 されたタングステン合金ロッドの製造方法では、 2回の温度維持段階を経由して最高焼結温度まで の昇温が行われる。第2図に示した実施例では、 一次温度維持段階は約1000℃にあり、5分間 かけてこの温度に到達する。この一次温度維持段 階は酸化ランタンの蒸発点(一次蒸発用)の舗提

化トリウム合金ロッドの経時的圧縮 (圧力) 曲線 を示し、実績は2%の酸化ランタンを添加したタ ングステン合金ロッドの場合の圧縮(圧力)曲線 を示している。尚、圧縮は等方向的に行われる。 2 %の酸化ランタンを添加したタングステン合金 ロッドを製造する本発明の方法における圧縮工程 では、先ず約1000パールの一次圧力維持段階 までの増圧が行われるのであるが、その増圧速度 はタングステン一酸化トリウム合金ロッドにおけ る増圧速度よりも比較的速いものとなっている。 第1図では、一次圧力維持段階は丁度1000パ ールであり、この圧力に約1分間健持される。次 いで、2分間かけて1800パールの圧力まで更 に増圧される。この圧力は二次圧力維持段階であ り、一次圧力維持段階と同様約1分間維持される。 最後に、更に 2 分間かけて 2 2 0 0 パールの最高 圧縮圧力まで増圧され、この圧力で約1. 5分間 維持される。その後の減圧は、圧力維持 (停止) 段階を介在させることなく行われる。第1図にお

16

いて、両圧縮曲線を比較すれば容易に分かるよう

にある。この一次温度維持段階に統善、1分間かけて約1800での二次温度維持段階(二次蒸発相)まで昇温され、この温度に約3分間維持される。その後、約4分間かけて約2700での凝高焼結温度まで昇温される。酸化ランタンを添加したタングステン合金ロッドの最高焼結温度は、酸化トリウムを添加したタングステン合金ロッドの最高焼結温度は、酸化ランクンの添加量を多くすればさらに流結温度は低くなる。このように、焼結温度が低いことからも、本発明の製造方法がエネルギー的に有利であることが理解される。

本発明において、焼結に必要な加熱は圧縮ロッドに電圧を加え、圧縮ロッドが有する抵抗を利用して発熱させるものである。そして、本発明の方法の焼結工程は、先行する圧縮工程で得られる圧縮ロッドの外径がロッド長さ方向に若干不均一(従って、断面積がロッド長さ方向に不均一)であることに着目し、焼結が有利に行われるように配慮されている。すなわち、一次温度維持段階(一 次高発相)は酸化ランタンの高発温度に維持して 行うのであるが、圧縮ロッドの外径(断面積)が ロッド長さ方向に一様でないため、ロッドの小径 部分では抵抗が大きく酸化ランタンの電圧印加に より蒸発温度に達するが、ロッドの大径部分では 抵抗が小さく酸化ランタンの蒸発温度に到達しな い。従って、一次温度維持段階では、ロッドの小 径部分においてのみ酸化ランタンの一部がロッド 外周部から擦散する。但し、ロッド全重量の約0. 06%の割合で含まれる鉄、モリブデン、ニッケ ル等の不能物については、その意発温度が酸化ラ ンタンよりも低いため、この一次温度維持段階で 全量が同時に蒸発除去されることになる。一方、 二次温度維持段階は、印加電圧が高く、ロッド長 さ方向の全ての部分が酸化ランタンの蒸発温度以 上となるが、ロッド小径部分については、既に一 次温度維持段階で酸化ランタンが部分的に蒸散し ているため、酸化ランタンのロッド外周部からの **蒸散はロッド大径部にて優先的に行われることに** なる。以上の如く、2回の温度維持段階を含めた

ことにより、たとえ圧縮ロッドの外径がロッド長 さ方向に不均一であっても、ロッド全長につき酸 化ランタンの均一な薫散を行わせることができる。 但し、酸化ランタンの蒸散はロッド外周部から行 われるので、ロッドの断面についてみた場合、ロ ッド外周部で酸化ランタンが減少し、ロッド中心 郎では酸化ランタンが残存する。実は、このこと も本発明の有利な点である。すなわち、後の再結 乱工程では、ロッド外周部において再結晶阻害因 子である酸化ランタンが消耗されているため、結 系粒子はロッド外間部でより大きく成長し、ロッ ド内部では結晶粒子は小さいものとなる。より大 きな結晶粒子は比較的容易に変形させ得るため、 後の機材加工がロッド 外間部から力を作用させて 行うことを考慮すると、このことは非常に有利な のである.

本発明の方法によれば、焼結後の機械加工 (予備的加工) では約1500℃でハンマリング (プレハンマリング) が行われることによりロッドが伸張されるとともに、タングステン粒子が数細化

19

される。但し、予備的加工の温度でも、タングステン粒子の部分的再結晶が起こるので、酸化ランタン (再結晶阻害因子) がより少ないロッド外周 部ではタングステン粒子がより大きく、酸化ランタンのより多く存在するロッド中心部ではタングステン粒子がより大きくなる。

最後の製造工程では、保護ガス(例えば、B。)の雰囲気中で約2000℃にロッドを加熱して再結晶処理が行われる。この再結晶処理の結果、ロッドの外間部ではタングステン結晶粒子が粗大化する一方で、ロッドの中心部では結晶粒子が粗大化なまま残る。酸化ランタンの分布が、先の焼結工程にてロッド外間部では少なくなっているので、酸化ランタンの再結晶阻害作用がロッド外間部で抑制されているためにかかる構造となるのである。この結果、ロッドの加工性がより高められる。

このようにして得られたロッドはより小さな最 終直径まで加工することができ、その際に結晶構 造 (結晶粒径)及び酸化ランタン分布が均一化さ れることになる。 2 0

次に、第7図~第10図を参照しながら、酸化 ランタン2%を添加したタングステン合金ロッド の種々な製造工程における新面構造の変遷につき 設明する。

第7図は酸化ランタン2%を添加したタングステンを圧縮した後の断面構造を示している。この状態においては、一群のタングステン粒子間に酸化ランタンが均一に分布していることが分かる。 角、酸化ランタンの比重は酸化トリウムの比重の 約1.8分の1であるので、第3図と比較すれば 容易に分かるように、圧縮体中における酸化ラン タンの機度は、同一重量比率で酸化トリウムの むタングステン圧縮体中における酸化トリウムの それよりも相当に高いものとなっている。

第8 図は酸化ランタン 2 外を添加したタングステンロッドの焼結後における拡大断面構造を示している。 阿図から、タングステン結晶粒子 W は、ロッドの中心部よりも外周部における方がより相大であることが分かる。 更に、焼結工程における 高発のために、Le₂O₂ はロッドの外周部で有託さ

れており、ロッドの中心部の方が濃度が高くなっている。この結果、ロッドの後の変形(加工)がより容易となる。以上の状態は、酸化トリウム 2 %を含む焼結タングステンロッドの構造を示した 第4回と比較すればより明確となる。

第9図はプレハンマリング(予備加工)後のロッドの拡大断面構造を示す。この状態においては、ロッド外間部にてタングステン結晶粒子が粗く、ロッド中心部にてタングステン結晶粒子が細かくなっている。このような構造が生ずるのは、プレハンマリング自体が1550℃の温度で行われるためにロッド外周部にてLa0が更に消耗されるとともに、ロッド外周部にて再結晶(部分的再結晶)が行われるからである。この結果、非常に加工の行い続いタングステン構造が得られる。

第10図は再結晶工程後のロッドの断面構造を 示している。この構造では、ロッド外周部にて粗 大化したタングステン結晶粒子が存在し、Lago。 は消耗されている結果、後の加工を非常に行い局 く、1.0mの非常に小さな直径まで加工が可能 となる。更に、後の加工時には、タングステン粒子の界面が変形し、LagOgの均一化が達成されるという利点もある。

4. 図面の簡単な説明

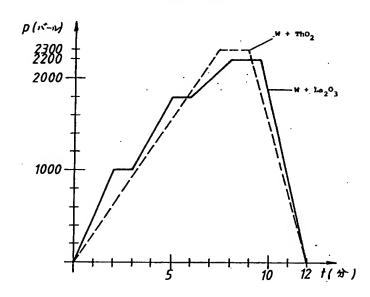
第1図は本発明に係る製造方法における圧縮工程の経時的圧力曲線を従来例との比較にて示すグラフ、第2図は本発明に係る製造方法における焼精工程の経時的温度曲線を従来例との比較にてもめすグラフ、第3図~第6図は従来の方法で製造される酸化トリウムータングステン合金ロッドの種々な製造工程後の断面構造を示す拡大図、第7図~第10図は本発明の方法で製造される酸化ランタンータングステン合金ロッドの種々な製造工程後の断面構造を示す拡大図である。

出顧人 ゲゼルシャフト フェア ヴォルフラム-インダストリー エムペーハー 代理人 弁理士 樋口豊治 外1名

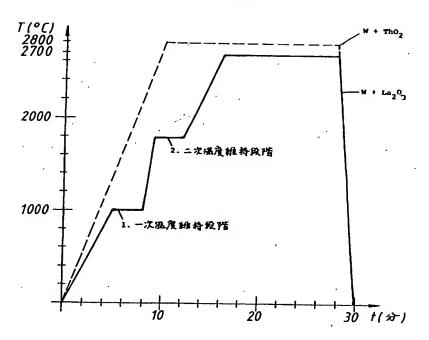
2 3

2 4

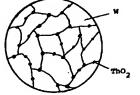




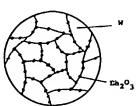
第2図



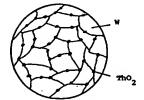




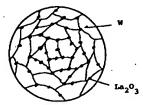
第7図



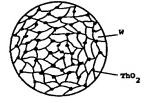
第4図



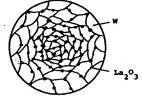
第8図



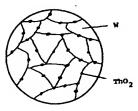
第5図



第9図



第6図



第10図

